

# しょうゆの全窒素分（燃焼法）測定手順書

独立行政法人農林水産消費安全技術センター

## 1. 適用範囲

この測定手順書は、しょうゆの日本農林規格に規定する「しょうゆ」に適用する。

## 2. 測定方法の概要

試料を純酸素気流中で燃焼させ、さらに還元して、試料中の全窒素量を窒素ガスとして定量する方法である。全窒素分は、全窒素量の試料容量に対する百分比として算出する。

## 3. 注意事項

装置が高温となるので取り扱いに注意すること。

## 4. 試薬

### 4.1 検量線作成用標準品

エチレンジアミン四酢酸（EDTA）（純度 99 % 以上であり、窒素率が記載されたもの）、アスパラギン酸（純度 99 % 以上であり、窒素率が記載されたもの）又は同純度の他の標準品のいずれかを用いる<sup>(1)</sup>。なお、「4.2 装置の性能確認のための試薬」において用いる試薬は、ここでは用いない。

(1) しょうゆ専用の装置の場合はグリシンを使用する。

### 4.2 装置の性能確認のための試薬

ニコチン酸（純度 99 % 以上のもの）又はリシン塩酸塩（純度 99 % 以上のもの）のいずれかを用いる。

## 5. 器具及び装置

(a) 燃焼法用測定装置：次の①～⑤の能力を有するもの。

- ① 酸素（純度 99.9 % 以上のもの）中で試料を熱分解するため、870 °C 以上の操作温度を保持できる燃焼炉をもつこと<sup>(2)</sup>。
- ② 熱伝導度検出器による窒素（N<sub>2</sub>）を測定するために、遊離した窒素（N<sub>2</sub>）を他の燃焼生成物から分離できる構造をもつこと。
- ③ 窒素酸化物（NO<sub>x</sub>）を窒素（N<sub>2</sub>）に変換する機構をもつこと。
- ④ ニコチン酸又はリシン塩酸塩を用いて 10 回繰り返し測定したときの窒素分の平均値が理論値 %（質量分率）± 0.15 %（質量分率）であり、相対標準偏差がニコチン酸の場合は 1.3 %、リシン塩酸塩の場合は 0.98 % 以下であること。
- ⑤ 塩分濃度の高い（20 % 程度）試料の測定が可能なよう、塩分に対する対策をとっていること。

- (b) **電子天びん**：最小表示桁数が 0.1 mg のもの、又はこれと同等以上のもの。100 mg 未満の計量が必要な場合は、最小表示桁数が 0.01 mg のもの、又はこれと同等以上のもの。
- (c) **密度測定用器具**：JIS K 0061 に規定する液体の密度の測定に必要なもの。

(2) しょうゆ専用の装置の場合は酸素ヘリウム混合ガス中で操作温度を680 °C以上とする。

## 6. 測定手順

### 6.1 装置の性能確認

「5. 装置」の(d)を確認するために行う。

#### (a) 検量線作成

検量線作成用標準品を 0.1 mg 以下の単位まで正確に量りとり（検量線作成用標準品の採取量が 100 mg 未満の場合は 0.01 mg 以下の単位まで正確に量りとり）<sup>(3)</sup>、装置に適した方法で測定し、検量線を作成する。

#### (b) 装置の性能確認のための試薬の測定

試薬を 0.1 mg 以下の単位までを正確に量りとり（試薬の採取量が 100 mg 未満の場合は 0.01 mg 以下の単位まで正確に量りとり）<sup>(4)</sup>、装置に適した方法で連続して 10 回測定する。

(3) 検量線作成用標準品の採取量は、対象とするしょうゆ試料の予想される全窒素量が検量線の有用範囲に含まれる量で、かつ、装置に適した量であること。

(4) 装置の性能確認のための試薬の採取量は、その全窒素量が検量線の有用範囲に含まれる量で、かつ、装置に適した量であること。

### 6.2 試料の全窒素分の定量

#### (a) 検量線作成

検量線作成用標準品を 0.1 mg 以下の単位まで正確に量りとり（検量線作成用標準品の採取量が 100 mg 未満の場合は 0.01 mg 以下の単位まで正確に量りとり）<sup>(5)</sup>、装置に適した方法で測定し、検量線を作成する。

#### (b) 試料の全窒素量(mg)の測定

試料を 0.1 mg 以下の単位までを正確に量りとり（試料の採取量が 100 mg 未満の場合は 0.01 mg 以下の単位まで正確に量りとり）<sup>(6)</sup>、装置に適した方法で測定する。

#### (c) 試料の密度の測定

密度の測定は JIS K 0061 に従う。

(5) 検量線作成用標準品の採取量は、対象とするしょうゆ試料の予想される全窒素量が検量線の有用範囲に含まれる量で、かつ、装置に適した量であること。

(6) 試料の採取量は、100 mg以上(しょうゆ専用の装置の場合は40 mg以上)で、かつ、装置に適した量であ

ること。なお、試料の採取方法は、正確に設定容量を量ることができる体積計を使用する方法に代えることができる。この場合、試料の密度を測定する必要はなく、全窒素分（w/v%）は、検量線から得られた窒素量を設定容量で除することにより求める。なお、体積計は、ピストンを備えたもので、空気層容量が設定容量の25%以下の空気置換式若しくは直接置換式のもののうち、JIS K 0970に従い、設定容量において系統誤差、偶然誤差を求め、それぞれ±1.0%以内、0.3%以下であるものとする。

## 7. 計算

「6.2(b) 試料の全窒素量(mg)の測定」により得られる試料採取量（mg）、試料の全窒素量（mg）及び「6.2(c) 試料の密度の測定」により得られる試料の密度（g/cm<sup>3</sup>）から、次の式により全窒素分%（w/v）<sup>(7)</sup>を算出する。

$$\text{全窒素分 (w/v \%)} = \text{試料の窒素分 (w/w \%)} \times \text{試料の密度 (g/cm}^3\text{)}$$

$$\text{試料の窒素分 (w/w \%)} : \text{試料の全窒素量 (mg)} / \text{試料採取量 (mg)} \times 100$$

(7) 小数第4位を四捨五入し、小数第3位まで算出する。

履歴

年月日	改訂内容等
2009/02/09	規格の記載に比べて詳細な手順書（2008年版）を用いた「しょうゆの全窒素分（燃焼法）共同試験（2008/10）」の結果を食品分析妥当性委員会において評価し、測定方法の妥当性が確認された。
2009/08/31	しょうゆの日本農林規格の全窒素分測定方法改正（燃焼法追加）。
2013/01/30	規格に記載された「ケルダール法によるしょうゆの全窒素分測定方法（燃焼法）」の変更を検討し、その結果を妥当性確認調査検討・評価委員会において評価し、変更の問題は認められないこととなった。
2014/08/29	農林物資規格調査会（2014）の議決を受けて、しょうゆの日本農林規格の全窒素分測定方法が改正された。
2014/09/08	<p>手順書（2014）公表。</p> <p>（手順書（2008年版）から手順書（2014）への主な変更点）</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ 試料採取用体積計の変更（「全量ピペット」から「ピストンを備えた空気置換式若しくは直接置換式の体積計」への変更）</li> <li>・ 試料採取用体積計が利用できない場合の試料採取法の追加</li> </ul>